

© 2002 MicroPatent

**MicroPatent® MPI Legal Status Report (Single Patent)****1. JP8127972A 19960521 METHOD FOR PROCESSING CELLULOSE-BASED FIBER FABRIC****Assignee/Applicant:** UNITIKA LTD**Inventor(s) :** YOSHIDA KOJI**Priority (No,Kind,Date) :** JP26719194 A 19941031 X**Application(No,Kind,Date):** JP26719194 A 19941031**IPC:** 6D 06M 15/564 A**Language of Document:** NotAvailable**Abstract:**

**PURPOSE:** To provide a processing method capable of providing excellent easy care property, permanent press property, shrinkage resistance and puckering property, pleat retaining property, etc., to fabric containing a cellulose-based fiber or its sewn product.

**CONSTITUTION:** A water- soluble urethane prepolymer and a compound having a free nitrogen group capable of reacting with formaldehyde are applied to fabric containing a cellulose-based fiber and then, the fabric is heat- treated at a temperature higher than a thermally dissociating temperature of a thermal dissociation type blocked isocyanate group to polymerize the polymer and then, the water content is uniformly controlled to 1-50% the sewn product and the sewn product is subjected to vapor phase processing using formaldehyde and heat-treated and cross-linked. A prepolymer having thermal dissociation type blocked isocyanate groups at the ends and an alkyl oxide group on a main chain is preferably used as the water-soluble urethane polymer. Urea, dicyandiamide, ethyleneurea, propyleneurea, etc., is used as the free nitrogen- containing compound.

**Legal Status:** There is no Legal Status information available for this patent

---

特開平8-127972

(43) 公開日 平成8年(1996)5月21日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup> D 0 6 M 15/564 13/127 13/432 // D 0 6 M 101:06	識別記号 F I	序内整理番号	技術表示箇所
D 0 6 M 13/ 40 審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 5 頁)			

(21) 出願番号 特願平6-267191

(22) 出願日 平成6年(1994)10月31日

(71) 出願人 000004503

ユニチカ株式会社

兵庫県尼崎市東本町1丁目50番地

(72) 発明者 吉田 耕二

大阪府高槻市南大槻町23-6

(54) 【発明の名称】 セルロース系繊維布帛の加工方法

(57) 【要約】

【目的】 セルロース系繊維布帛に、強度低下が少なく、優れたイージーケア性能、パーマネントプレス性能、防縮性能を付与することができる加工方法、並びにその縫製品の状態でホルマリン気相加工を施すことにより、形態保持性、バックリング性、ブリーツ保持性に優れた縫製品を製造することができる加工方法を提供する。

【構成】 セルロース繊維を含む布帛に、予め水溶性少レタンプレポリマーおよびホルムアルデヒドと反応し得る遊離窒素基を有する化合物を付与、反応後、その布帛に、または必要に応じて縫製品を縫製後、ホルムアルデヒドによる気相加工を行う。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 セルロース系繊維を含有する布帛に、末端に熱解離型ブロックイソシアネート基を有し、主鎖にアルキレンオキシド基を有する水溶性ウレタンプレポリマーおよびホルムアルデヒドと反応し得る遊離窒素基を有する化合物を付与した後、上記熱解離型ブロックイソシアネート基の熱解離温度以上の温度で熱処理して水溶性ポリウレタンプレポリマーを重合させ、次に必要に応じて縫製品を形成し、続いて、布帛の水分率を1〜50%に均一に調節し、しかる後に布帛にホルムアルデヒドガスを吸着し、熱処理して架橋せしめるホルムアルデヒドによる気相加工を施すことを特徴とするセルロース系繊維布帛の加工方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、セルロース系繊維を含有する布帛またはその縫製品にイージーケア性、パーマネントプレス性、防縮性を付与する加工方法に関するものである。

##### 【0002】

【従来の技術】 セルロース系繊維布帛にホルムアルデヒドガスを用いて気相加工を施し、ホルムアルデヒドを繊維のセルロース分子間に架橋することにより、セルロース系繊維布帛にイージーケア性（ウォッシュ・アンド・ウェア性）を付与することは従来から公知であり、広く一般に行われている。しかしながら、この方法によって布帛に十分なイージーケア性能、パーマネントプレス性能、防縮性能を付与しようとする、セルロース系繊維の強力低下が大きくなりすぎるという問題点がある。

【0003】 また、末端に熱解離型ブロックイソシアネート基を有し、主鎖にアルキレンオキシド基を有する水溶性ウレタンプレポリマーをセルロース系繊維を含む布帛に付与した後、上記熱解離型ブロックイソシアネート基の熱解離温度以上の温度で熱処理して水溶性ウレタンプレポリマーを重合させた後、ホルムアルデヒドによる気相加工を施すことにより、強力低下を防止しつつイージーケア性能を付与しようとする方法もあるが、この場合、強力は保持されても、イージーケア性能がどうしも満足すべきものとはいえない難いものであった。この傾向は、布帛の目付が $200\text{ g/m}^2$ 以下で、しかもセルロース系繊維の混用率が50%以上になると特に顕著に現れてくる。

##### 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、このような現状に鑑みて行われたもので、セルロース系繊維を含有する布帛の強力低下を極力抑えつつ、優れたイージーケア性能、パーマネントプレス性能、防縮性能を付与する加工方法を得ることを第1の目的とするものである。また、本発明は、セルロース系繊維を含有する布帛の縫製品に、その強力低下を極力抑えつつ、優れた形態保持

性、バックリング性、プリーツ保持性を付与する加工方法を得ることを第2の目的とするものである。

##### 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、上記目的を達成するもので、次の構成よりなるものである。すなわち、本発明は、セルロース系繊維を含有する布帛に、末端に熱解離型ブロックイソシアネート基を有し、主鎖にアルキレンオキシド基を有する水溶性ウレタンプレポリマーおよびホルムアルデヒドと反応し得る遊離窒素基を有する化合物を付与した後、上記熱解離型ブロックイソシアネート基の熱解離温度以上の温度で熱処理して水溶性ポリウレタンプレポリマーを重合させ、次に、必要に応じて縫製品を形成し、続いて、布帛の水分率を1〜50%に均一に調節し、しかる後に布帛にホルムアルデヒドガスを吸着し、熱処理して架橋せしめるホルムアルデヒドによる気相加工を施すことを特徴とするセルロース系繊維布帛の加工方法を要旨とするものである。以下、本発明について詳細に説明する。

【0006】 本発明でいうセルロース系繊維を含有する布帛とは、木綿、麻、レーヨンなどの通常のセルロースによる繊維の1種または2種以上の混用からなる織物、絹物、不織布、またはこれらの繊維とポリエステル、ポリアミド、ポリアクリロニトリル等の合成繊維との混用（混紡、混織、交織、交編等）からなる織物、絹物を意味するものである。勿論、セルロース系繊維100%よりなる布帛であってもよい。本発明では、上述のいかなる布帛にも効果があるが、特に目付 $200\text{ g/m}^2$ 以下、セルロース系繊維の混用率が50%以上の布帛に対して本発明の効果は顕著に現れる。

【0007】 本発明方法では、まず、上記の布帛に末端に熱解離型ブロックイソシアネート基を有し、主鎖にアルキレンオキシド基を有する水溶性ウレタンプレポリマーおよびホルムアルデヒドと反応し得る遊離窒素基を有する化合物を付与する。ここで末端に熱解離型ブロックイソシアネート基を有し、主鎖にアルキレンオキシド基を有する水溶性ウレタンプレポリマーとして、その分子量が $1000\sim100000$ のものを用いるとよい。

【0008】 水溶性ウレタンプレポリマーを構成する熱解離型のブロックイソシアネート基は、遊離イソシアネートが重亜硫酸ソーダ、フェノール、活性メチレン化合物、低級アルコール、ラクタム等によりブロックされており、 $100\sim180^\circ\text{C}$ に加熱することによりブロックが解離し、イソシアネート基が再生し、引き続きイソシアネート基が反応し、高分子化する。アルキレンオキシドは、ポリエチレンオキシドやポリプロピレンオキシド等よりなり、プレポリマーに水溶性を与えるとともに、セルロース系繊維に対する浸透性を与える。

【0009】 また、ホルムアルデヒドと反応し得る遊離

窒素基を有する化合物としては、尿素、ジシアンジアミドの如きアミド基を有する化合物、エチレン尿素、プロピレン尿素、2-ピロリドン、2-オキソオキサリジン、ピロール、イミダゾール、1-メチルイミダゾール、1, 2, 4-トリメチル、インドール等の含窒素複素環化合物等を挙げることができる。

【0010】上記の樹脂を布帛に付与するには、ウレタンプレポリマーおよびアミノ基を有する化合物を水に溶解し、必要に応じて触媒、柔軟剤を混合した水溶液を通常の方法で布帛に含浸し、乾燥させる。実用的には、パッダー、ローター等で付着量をコントロールして付与することが好ましい。

【0011】樹脂付与後、本発明では、上記熱解離ブロックイソシアネート基の熱解離温度以上の温度で熱処理して、水溶性ポリウレタンプレポリマーを重合させる。重合反応における熱処理温度は、100～180℃が望ましいが、さらに好ましくは130～150℃がよい。反応温度が130℃未満になると、ブロック剤の解離が起こらず、重合が十分になるので好ましくない。また、180℃を超えると、重合は十分であるが、布帛が黄変し、白度低下が起きるので好ましくない。

【0012】この後、必要に応じて結晶性を形成する。結晶は、通常の方法で行えばよい。

【0013】本発明では、ここで布帛の水分率を1～50%に均一に調節する。このとき、布帛の水分率は1～50%で、かつ水分が生地に均一に分布していなければならない。生地水分率が1%未満であると、次工程で用いるホルムアルデヒドガスが生地に十分吸着しなくなり、逆に50%を超えると、酸触媒によって生地が醗化してしまうおそれが出てくるので、注意を要する。また、生地に水分が均一に分布していないと、ホルムアルデヒドガスが均一に吸着しなくなるので、この点にも注意を要する。水分率を均一に調節するには、いかなる手段を用いてもよいが、通常は、恒温恒湿室に布帛や縫製品を24時間以上放置する方法を用いるとよい。

【0014】水分率を調節した後、本発明では、布帛にホルムアルデヒドガスを吸着し、熱処理して架橋せしめるホルムアルデヒドによる気相加工を施す。気相加工の際には、常圧密閉型の反応室と、ホルムアルデヒドガスの供給手段、加熱手段を有する気相加工装置を用いることができる。この場合、ATP社（American Textile Processing Co.）製の気相加工装置を用いることもできる。この気相加工装置内でのホルムアルデヒドガス濃度は、1～20%の範囲が望ましく、1%以下であるとき、架橋反応が不十分となり、20%以上となっても、効果はそれ以上あがらなくなる。

【0015】架橋反応をさせる際に用いる触媒は、予め布帛に触媒溶液をパディングした後に気相処理を行ってもよいし、触媒溶液もしくは液化している触媒を気化したミスト化させて布帛に吸着させてもよい。触媒の種

類に関しては、予めパディングする場合は、従来の樹脂加工と同じ触媒、例えば、硝酸亜鉛のような酸の金属塩、ルイス酸、ブレンステッド酸等を用いることができる。また、気化させる場合は、塩化水素のような揮発性の沸点の低い酸が望ましい。

【0016】触媒濃度に関しては、ガスで処理する場合は0.1～3.0%の範囲が望ましい。ガス濃度が0.1%以下であると、架橋反応が不十分となり、また、3.0%以上になっても、それ以上の効果があがらなくなり、しかも過度の生地強度の低下も発生する。触媒を水溶液でパディングして付与する場合の触媒濃度は、5～100g/リットルの範囲が望ましい。濃度が5g/リットル以下になると、架橋反応が不十分となり、また、100g/リットル以上になっても、それ以上の効果があがらなくなり、過度の生地強度の低下も発生する。

【0017】ホルムアルデヒドガスを吸着させた後、布帛またはその縫製品を熱処理して架橋反応を行う。このときの熱処理は、100～180℃の範囲の温度で、0.5～10分間の処理を行うことにより架橋反応を完結させることができる。本発明は、以上の構成よりなるものである。

#### 【0018】

【作用】本発明のごとく、セルロース系繊維に水溶性ウレタンプレポリマーおよびアミノ基を有する化合物を含浸、重合させると、セルロース系繊維は、その比較的大きな非晶領域にウレタンプレポリマーとホルムアルデヒドと反応し得る遊離窒素基を有する化合物が充填されて非晶領域が保護され、このような状態でホルムアルデヒドによる気相加工を施すと、ホルムアルデヒドはウレタンプレポリマーとウレタンプレポリマー中の遊離窒素基を有する化合物と反応し、より分子鎖の長い架橋剤としてセルロースと架橋結合をするので、ゆとりが生じ、その結果、弾力低下が少なく、しかも優れたイージーケア性、パーマネントプレス性、防縮性が得られるようになる。

#### 【0019】

【実施例】以下、本発明を実施例によりさらに具体的に説明するが、実施例における試料の測定、評価は、次の方法で行った。ただし、下記（2）～（7）については、JIS L-0217（103法）による洗濯5回後、ドライ乾燥したものを試料として用いた。

#### 【0020】

##### （1）引裂強度

JIS L-1096

##### （2）パーマネントプレス性

JIS L-1096

##### （3）イージーケア性

AATCC-124

##### （4）防縮性

JIS L-1096

#### 【0021】

(5) 形態保持性

AAATCC-124

(6) バッカリング性

AAATCC-88B-1964T

(7) プリッツ保持性

JIS-1096

【0022】実施例1

木綿100%織物のブロード生地(経、緯糸とも80s/2, 目付150g/m<sup>2</sup>)を用意し、これに通常の精練、漂白、マーセライズ加工を行った後、バグダーで下記処方1の水溶液に浸漬し、ビックアップ60%でパディング後、110℃で乾燥し、160℃にて2分間の熟処理を行った。

【0023】処方1

エラストロンMF-9 10.0%  
(水溶性ウレタンポリマー、第一工業製薬株式会社製)

エラストロンキヤクリスト64 0.5%  
(塩化錫触媒、第一工業製薬株式会社製)

尿 素 10.0%

ピクロン55R 3.0%

(脂肪酸アミド系風合調整剤、一方社油脂株式会社製)

ボロンMF-5 2.0%

(シリコーン系風合調整剤、信越化学工業株式会社製)

レベロンOPC 2.0%

(ポリオレフィン系風合調整剤、里田加工株式会社製)

【0024】この布帛を、温度20℃、65%RHの環境室に放置することにより、水分率を8.0%に調節し、続いて、幅2m、長さ3m、高さ2mのステンレススチール製の反応室を有する気相加工装置を用いて、次のように気相加工を行った。まず、加工装置内に布帛を入れて密閉し、1.2kg/m<sup>2</sup> および105℃のスチームでインジェクターおよびスチーム導管を介してフォルムアルデヒド水溶液を1.5分間室内に供給し、2400gのフォルムアルデヒド水溶液を注入した。次いで、亜硫酸ガス6.8kgを注入して2分間浸漬後、布帛に保持されなかった遊離のフォルムアルデヒドおよび亜硫酸ガスを排気し、室内温度を127℃に上昇させることにより、本発明の気相加工布帛を得た。

【0025】本発明との比較のため、本実施例1において処方1から尿素を省く他は、本実施例とまったく同一の方法により比較用の加工布帛(比較例1)を得た。

【0026】本発明および比較用の加工布帛の性能を測定、評価し、その結果を合わせて表1に示した。

【表1】

		本 発 明	比 較 例 1
引 張 強 力 (g)	タ テ	950	880
	ヨ コ	750	600
パーマメントプレス性(級)		4	3~4
イージーケア性(級)		3.8	3.2
防 縮 性 (%)	タ テ	0.75	1.12
	ヨ コ	0.55	0.97

【0027】表1より明らかなごとく、本発明による加工布帛は、強度低下が少なく、かつイージーケア性、パーマメントプレス性、防縮性においても優れた性能を有していることが分かる。

【0028】実施例2

上記実施例1において、処方1による加工後、水分率調

節前に、布帛を縫製してドレスシャツを形成する他は、実施例1とまったく同一の方法により本発明および比較用(比較例2)の縫製品を得た。

【0029】本発明および比較用の縫製品の性能を測定、評価し、その結果を合わせて表2に示した。

【表2】

		本 発 明	比 較 例 2
引 張 強 力 (g)	タ テ	950	880
	ヨ コ	750	600
形 態 保 持 性(級)		3.5	3
バッカリング性(級)		4	3~4
プ リ ッ ツ 保 持 性(級)		4	3~4

【0030】表2より明らかなごとく、本発明方法による縫製品は、強度低下が少なく、しかも形態安定性、バッカリング性、プリッツ保持性においても優れた性能を有していた。

【0031】

【発明の効果】本発明方法によれば、一般的に行われているホルマリンによる気相加工に比べて、生地強度の低下を十分に抑えつつ、布帛の場合には、十分なパーマネ

ントプレス性，イージーケア性，防縮性を付与することができ，縫製品の場合には，十分な形態安定性，パッカ

リング性，ブリーツ保持性を付与することができる。